

**PENGARUH PEMANASAN PADA SINTESIS OKSIDA MANGAN
MELALUI PROSES SOL-GEL**

Skripsi Sarjana Kimia

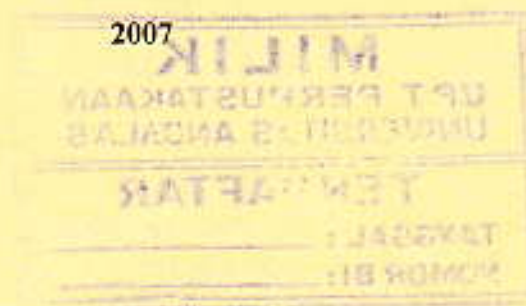
Oleh :

IKHSAN WAHYUDI
02 132 029



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG**

2007



ABSTRAK

PENGARUH PEMANASAN PADA SINTESIS OKSIDA MANGAN MELALUI PROSES SOL-GEL

Oleh

Ikhsan Wahyudi

Dibimbing oleh Dr. Syukri Arief dan Dr. Hermansyah Aziz

Telah dilakukan penelitian untuk mensintesis oksida mangan. Metoda yang digunakan adalah proses sol gel. Kemudian dipelajari pengaruh pemanasan terhadap oksida mangan yang terbentuk. Mangan nitrat tetrahidrat digunakan sebagai prekursor, isopropanol sebagai pelarut dan DEA sebagai additif. Pelarut dan additif dilarutkan terlebih dahulu dan mangan nitrat tetrahidrat ditambahkan setelah larutan homogen. Kemudian larutan homogen tersebut dikeringkan dalam oven bersuhu 110-120 °C selama 1 – 2 jam. Sampel kering yang terbentuk dipanaskan pada suhu 400 °C, 500 °C dan 600 °C selama 60 menit. Grafik XRD pada sampel yang dipanaskan pada suhu 400 °C menunjukkan adanya Mn_2O_3 dan Mn_3O_4 menurut JCPDS 24-0508 dan JCPDS 24-0734. Untuk sampel yang dipanaskan pada suhu 500 °C dan 600 °C, grafik XRD memperlihatkan Mn_2O_3 . struktur kristal Mn_2O_3 yang diperoleh adalah orthorombik dengan ukuran kristal \pm 25 nm. Dari grafik TGA/DTA diketahui bahwa oksida mangan terbentuk pada suhu diatas 300 °C. Dari foto SEM (suhu 600 °C) ditemui oksida mangan berbentuk bongkahan dengan permukaan berpori yang teratur seperti spons. Ukuran bongkahan sekitar 52 μm dan ukuran pori kristal antara 0.01 μm sampai 1.03 μm . Dari hasil ini dapat disintesa Mn_2O_3 (suhu 400 – 600 °C) dan Mn_3O_4 (suhu 400 °C).

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang.

Oksida mangan sudah menjadi perhatian dalam penelitian baru-baru ini. Hal tersebut berkaitan dengan aktivitas katalitiknya. Selain sisi ekonomisnya, aktivitas katalis oksida mangan juga diharapkan sebagai alternatif katalis lain yang berkemungkinan mempunyai aktivitas yang lebih baik.

Oksida – oksida dari mangan dapat berupa MnO , MnO_2 , Mn_2O_3 , Mn_2O_7 , Mn_2O_7 , Mn_3O_4 dan Mn_5O_8 . Oksida – oksida yang dapat ditemukan secara alami dari mineral – mineral mangan MnO , MnO_2 , Mn_2O_3 , dan Mn_3O_4 ¹. Mangan (II) Oksida (MnO) banyak terdapat dalam batuan manganosite. Mangan (III) Oksida (Mn_2O_3) dialam terdapat dalam mineral Bixbyite². Mangan (VII) Oksida (Mn_2O_7) merupakan oksidator yang sangat reaktif dan tergolong pada jenis oksidator berbahaya. Bentuk reduksi dari senyawa ini adalah MnO_2 . senyawa ini juga dapat meledak pada suhu diatas 55 °C. Senyawa ini dibuat dengan menambahkan asam sulfat pekat pada kalium permanganat³.

Mangan (IV) Oksida (MnO_2), merupakan oksida mangan yang paling populer, dialam terdapat pada mineral pyrolusite. Mineral Pyrolusite merupakan sumber utama untuk mengekstrak logam Mn. MnO_2 banyak digunakan sebagai material pada baterai Li/MnO_2 , Molekular Sieve, reaksi – reaksi laboratorium (pengoksidasi pada reaksi organik), pewarna gelas, pewarna porselen, elektroteknis, pigment, pengering pada cat dan pernis, pencetak dan pengering pada tekstil^{3,4,5}.

Metode pembuatan oksida mangan yang telah dikembangkan adalah metode solid state, *irradiation microwave*⁶, *CVD (Chemical Vapor Deposition)*, dan hidrotermal. Semua metoda tersebut mempunyai keunggulan masing-masing. Pada metode hidrotermal larutan direaksikan dalam bejana tertutup diatas titik didihnya dengan pemanasan pada kondisi hidrotermal. Metoda sol-gel merupakan metoda yang sudah banyak digunakan untuk membuat logam-logam oksida. Metode ini merupakan suatu metode yang lebih sederhana dibanding metode-metode lainnya. Peralatan yang dibutuhkan lebih sederhana, suhu yang diperlukan

relatif rendah, serta menghasilkan bahan dengan tingkat kemurnian dan kehomogenan yang tinggi^{6,7}.

Dalam penelitian ini dilakukan pengamatan pada suhu pemanasan yang berbeda. Sampel perlakuan sol-gel, setelah dilakukan pengeringan pelarut, dipanaskan pada 3 variasi suhu yang berbeda dengan waktu pemanasan tertentu. Suhu pemanasan yang akan dilakukan adalah 400 °C, 500 °C dan 600 °C. tiap-tiap suhu akan ditahan selama 1 jam. Dari variasi suhu ini diharapkan dapat dilihat pengaruhnya terhadap jenis oksida mangan yang akan didapat, struktur, morfologi, sifat kristal dan keberadaan pengotor.

Pada suhu pemanasan yang dipilih, diasumsikan kompleks mangan yang terbentuk telah mengalami perombakan struktur menjadi bentuk oksida. Suhu 500 °C dipilih berdasarkan pertimbangan bahwa pembuatan titania secara sol-gel biasa dilakukan pada suhu tersebut. Disamping itu, pelarut alkohol (Isopropanol) dan additif (DEA, DiEthanolAmine) yang digunakan akan membentuk kompleks dengan mangan nitrat tetrahidrat. Bentuk kompleks ini diperkirakan akan mengalami perombakan pada suhu 300 °C. Untuk itu dimulai dari suhu 400 °C, proses perubahan telah selesai dan dapat ditemui oksida mangan dari kompleks tersebut.

Untuk suhu 500 C dan 600 C, digunakan untuk mengamati sifat kristal dari oksida mangan yang terbentuk. Ada kemungkinan, pada suhu 400 C, masih terbentuk amorf oksida mangan. Seiring dengan dinaikkannya suhu pengamatan, bentuk kristal lebih dominan diamati. Kemungkinan lain adalah, pada suhu pilihan ini mangan oksida belum terbentuk. Diharapkan semua asumsi ini akan terlihat dari proses penelitian ini.

1.2. Perumusan masalah

Perumusan masalah dari penelitian ini adalah :

1. Memodifikasi suatu proses pembuatan mangan oksida melalui proses sol – gel, dimana proses ini belum pernah ditemui pada referensi–referensi sebelumnya. Dengan proses yang lebih sederhana dibanding metoda – metoda sebelumnya, apakah mangan oksida dapat terbentuk ?
2. Menggunakan suhu pemanasan yang berbeda, apakah pengaruh pemanasan terhadap sifat kristal mangan oksida yang terbentuk? bagaimana morfologi produk yang didapatkan ? dan berbedakah jenis mangan oksida yang diperoleh?

1.2 Tujuan Penelitian.

Penelitian ini bertujuan untuk :

- a. Memahami proses pembuatan mangan oksida melalui proses sol-gel.
- b. Mempelajari pengaruh pemanasan dalam proses pembentukan Mangan Oksida melalui proses sol-gel.
- c. Mengetahui, menganalisa dan memahami karakterisasi dari powder yang akan didapat.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Proses pembuatan oksida mangan secara sol gel ini menghasilkan mangan oksida. Dari tiga jenis suhu yang diteliti yaitu 400 °C, 500 °C dan 600 °C, didapat dua jenis mangan oksida yakni Mn_2O_3 dan Mn_3O_4 . Dari analisa TGA/DTA diketahui bahwa mangan oksida terbentuk pada suhu diatas 300 °C. Dari analisa XRD diketahui bahwa dengan naiknya temperatur, derajat kristalinitas senyawa makin meningkat. Struktur kristal Mn_2O_3 yang terbentuk adalah orthorombik dengan ukuran kristal ± 11 nm. Dan dari gambar SEM (suhu 600 °C) ditemui mangan oksida yang berbentuk bongkahan berpori. Oksida mangan yang terlihat ini mempunyai permukaan dengan pori yang teratur seperti sponge (busa). Ukuran bongkahan sekitar 52 μm dan ukuran pori berkisar antara 0.01 – 1.03 μm .

5.2 Saran

Bagi penelitian selanjutnya, maka disarankan agar perlakuan pemanasan dilanjutkan dalam waktu yang lebih lama, misalnya 2 jam, 3 jam atau lebih.

DAFTAR PUSTAKA

1. Ullmans, Encyclopedia of Industrial Chemistry, Vol A.16, Cambridge, New York, USA, 1987, 124-131.
2. Post, Jeffrey E., Proc. Natl. Acad. Sci., Marct 2006, **96**, 3447-3454.
3. [http://en.wikipedia.org/wiki/Manganese\(VII\)_oxide](http://en.wikipedia.org/wiki/Manganese(VII)_oxide) updated 03/08/2006
4. Q. Feng, H. Kanoh, and K. Ooi, *J. Mater. Chem.*, 1999,**9**,319-333
5. [http://en.wikipedia.org/wiki/Manganese\(IV\)_oxide](http://en.wikipedia.org/wiki/Manganese(IV)_oxide) updated 03/08/2006
6. Z.-Y. Yuan, Tie-Zhen Ren, Gaohui Du, Bao-Lian Su., *Chemical Physics Letters*, 2004,**389**,83-86.
7. Ullmans, Encyclopedia of Industrial Chemistry, Vol B.06, Cambridge, New York, USA, 1987, 1-3
8. <http://en.wikipedia.org/wiki/Hausmannite.html> updated 03/08/2006
9. http://www.solgel.com/Sol_Gel_Process.html update 03/08/2006
10. <http://www.pubmedcentral.nih.gov/articlerender.fcgi?artid=34287> updated 03/08/2006
11. A. Vasquez-Olmos, R. Redon, M. Esther Mata-Zamora., *Rev. Adv Mater.Sci.* Structural and magnetic study of Mn₃O₄ nanoparticle. 2005, 10, 362-366.
12. <http://www.scintag.com/xrdbasics.pdf> updated 03/08/2006
13. <http://materials.binghamton.edu/labs/xray/xray.html> updated 03/08/2006
14. S.K. Apte, S.D. Naik, R.S. Sonawane, B.B. Kale, Neela Pavaskar, A.B. Mandale, and B.K. Das., *Materials Research Bulletin*, 2006,**41**,647-654.